

BIOPLAST

Bioplastiques, de la R&D à la réalité industrielle



Philippe Evon - Christine Raynaud

L'extrusion bi-vis, un outil polyvalent pour la production de substrats lipidiques et de biocomposites à base de PHA et de renforts fibreux

CATAR - LCA/Agromat

Philippe.Evon@ensiacet.fr - Christine.Raynaud@ensiacet.fr



Interreg
POCTEFA

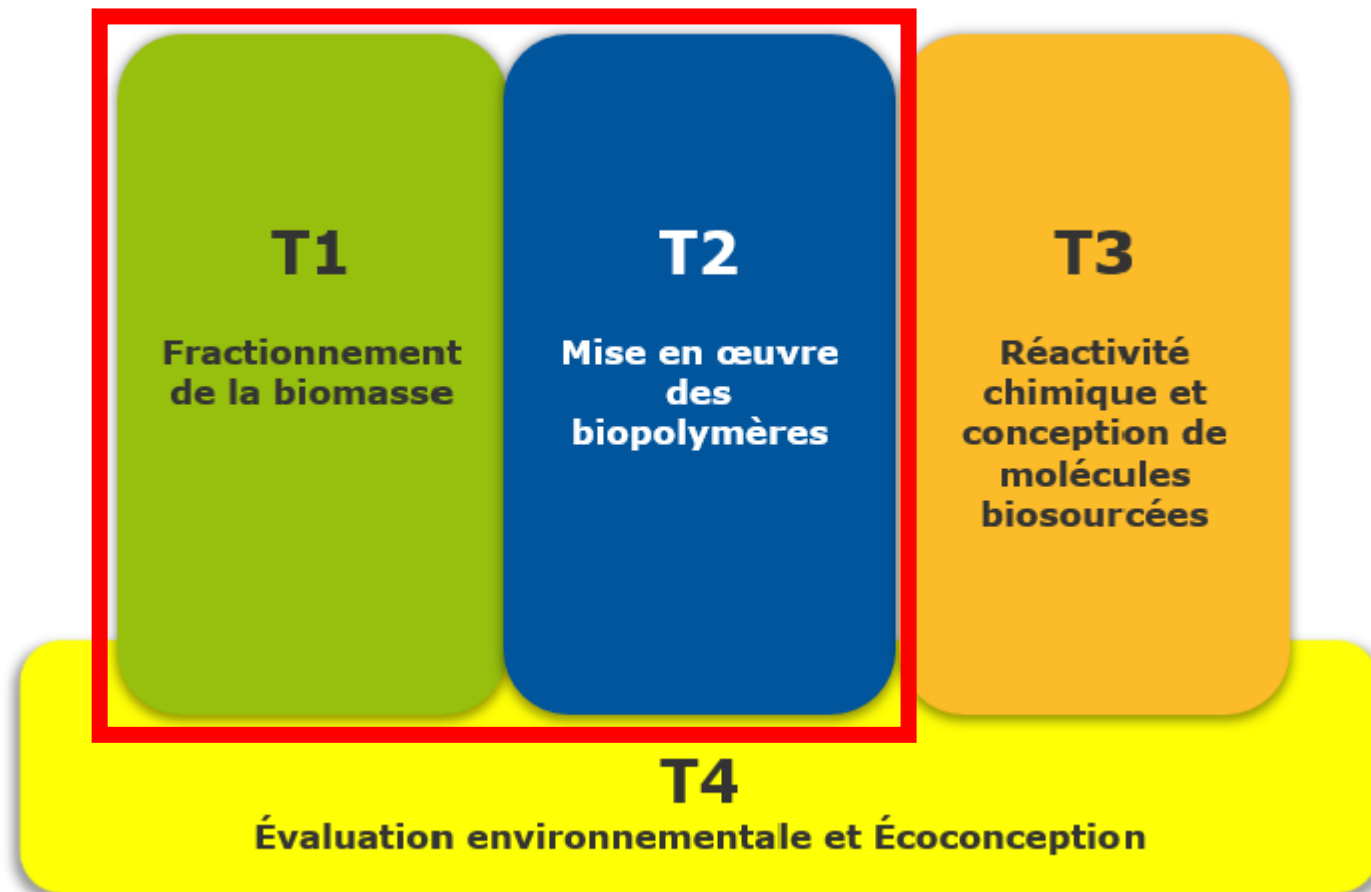


Le CATAR-CRITT Agroressources

- Centre de Ressources Technologiques (CRT n° 96/7) adossé au Laboratoire de Chimie Agro-industrielle (LCA, UMR 1010-INRAE/INPT)
 - Acteur de terrain au service de la compétitivité des entreprises.
 - Accompagne les **entreprises** dans leurs **projets R&D&I** autour de la **chimie du végétal** et pour **l'intégration de nouvelles technologies** développée par la Recherche.
 - S'appuie sur les compétences et thématiques scientifiques du LCA.

Le Laboratoire de Chimie Agro-industrielle (LCA), depuis 1975

- Quatre thèmes de recherche :





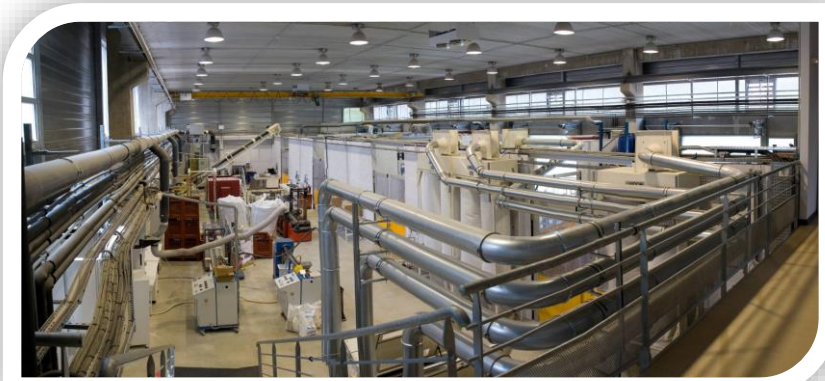
Deux sites géographiques distincts



Toulouse
(recherche
académique)



Tarbes
(transfert &
démonstration)



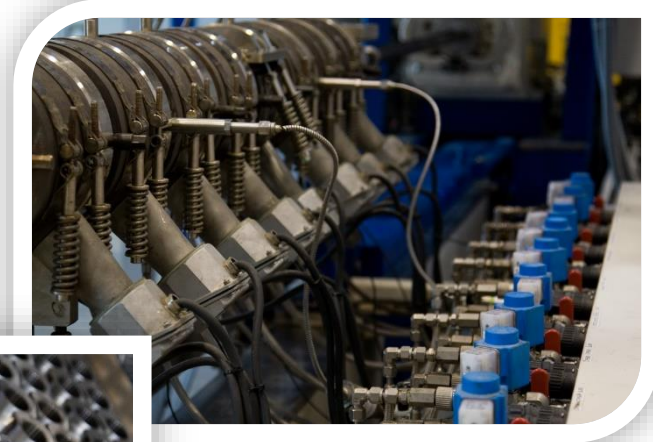
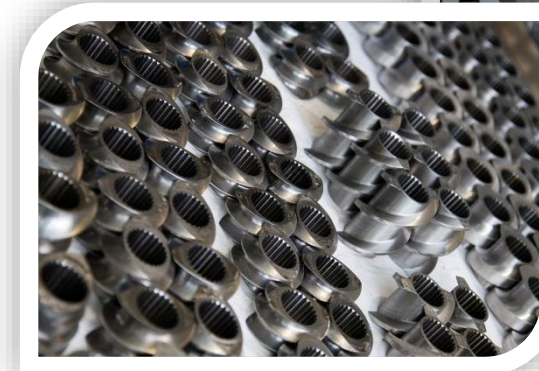
Halle de transfert technologique

L'extrusion bi-vis appliquée au végétal

- Un outil polyvalent pour le fractionnement de la biomasse.
- Plus de trente ans d'expérience au LCA et au CATAR :
 - ***Compoundage plastique.***
 - Déstructuration/compoundage de co-produits agricoles (amidon, protéines, pectines, etc.).
 - ***Fractionnement liquide/solide continu de la biomasse.***
 - Bioextrusion (pour la production de bioéthanol de 2^{nde} génération).
- Deux chapitres de livres récents sur ces sujets :
 - Evon et al., **Twin-screw extrusion: a key technology for the biorefinery.** *Biomass extrusion and reaction technologies: principles to practices and future potential*, American Chemical Society, ACS Symposium Series, eBooks, 1304 (2), 25-44 (2018).
 - Vandenbossche et al., **The twin-screw extrusion technology, an innovative technique for the green extraction of food products.** *Green Food Processing Techniques: Preservation, Transformation and Extraction*, Elsevier, 10, 289-314 (2019).

Le parc machine du LCA & du CATAR

- Deux extrudeurs bi-vis de laboratoire :
 - Pour le fractionnement L/S de la biomasse : Clextral BC 21.
 - Pour les procédés plastiques & la bioextrusion : ***Clextral Evolum 25.***
- Un extrudeur bi-vis de taille intermédiaire :
 - ***Clextral BC 45.***
- Un extrudeur bi-vis de haute capacité :
 - Clextral Evolum HT 53.
 - D = 53 mm & 36 D de longueur (191 cm).
 - Environné pour tous types d'applications.
 - Jusqu'à 300-400 kg/h.



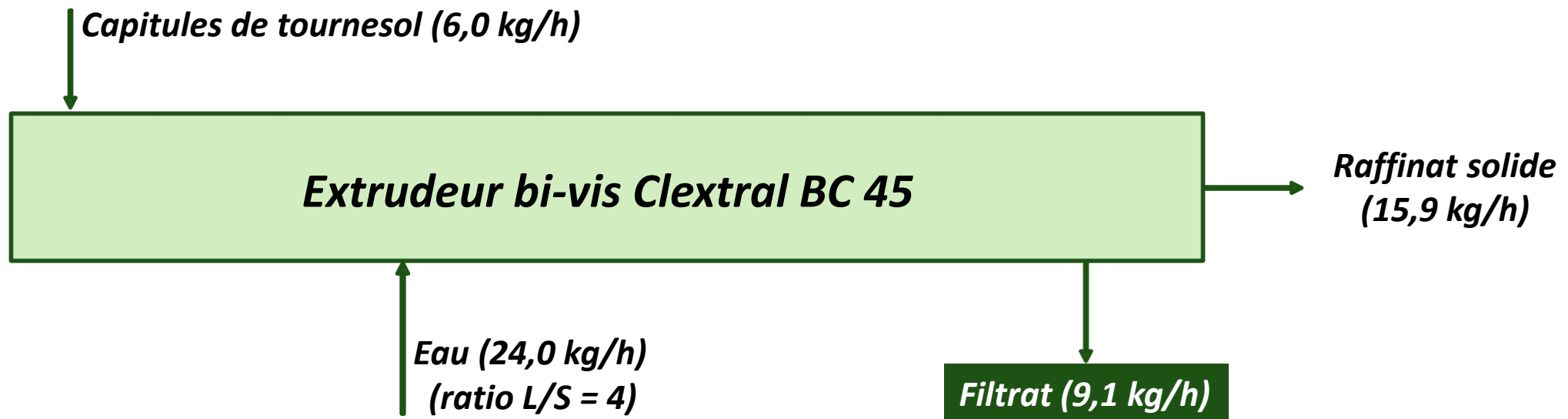
L'utilisation de l'outil bi-vis dans le cadre du projet BIOPLAST

- 1 • *Production de substrats lipidiques pour la production de PHAs :*
 - *Utilisation des capitules de tournesol oléique comme co-produit de culture :*
 - *7,4% d'huile résiduelle dans les capitules.*
 - *15% de la partie aérienne de la plante (31% hors graines).*
 - *230 000 tonnes/an à l'échelle de la France.*
 - *Extraction aqueuse continue de l'huile des capitules.*
 - *Obtention d'une émulsion huile/eau.*
- 2 • *Compoundage de biocomposites PHA/fibres.*
 - *Grade commercial de PHA en guise de matrice thermoplastique.*
 - *Deux charges fibreuses testées : paille d'orge & résidu du capitule de tournesol (raffinat solide).*
 - *Taux d'incorporation : jusqu'à 30% (m/m).*

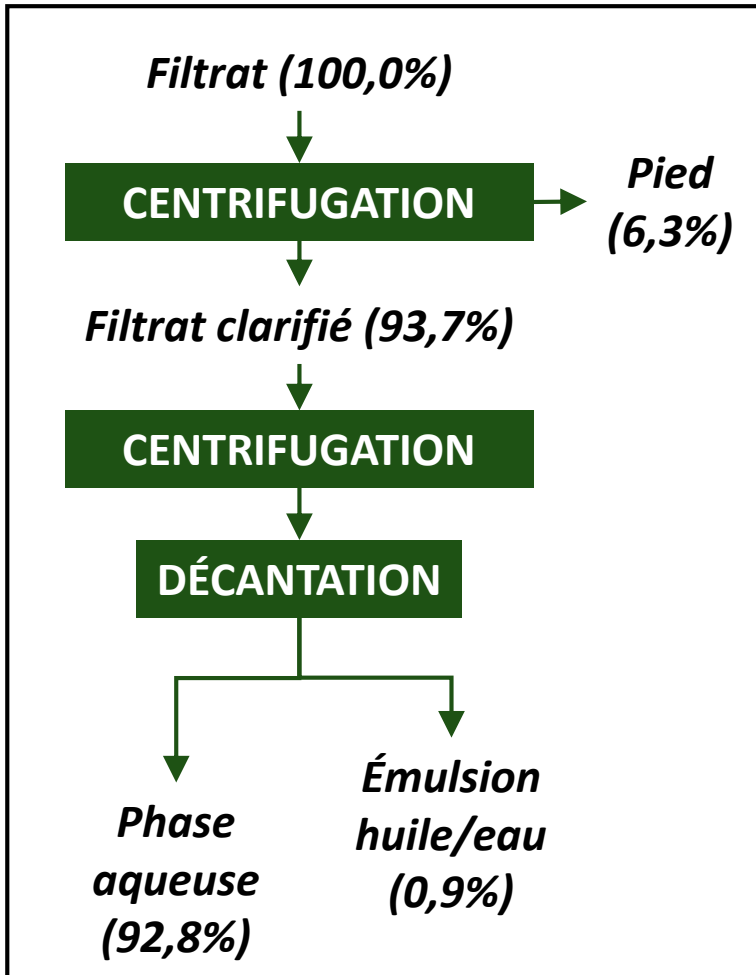


1 Production de substrats lipidiques pour la production de PHAs

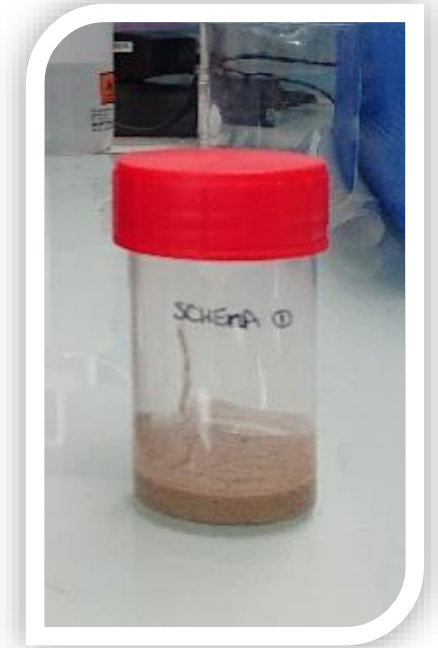
- Extraction de l'huile des capitules à l'aide d'un procédé aqueux :
 - L'huile est extraite sous la forme d'une émulsion stable huile/eau.
 - Protéines tensioactives et phospholipides à l'interface.
- Diminution de la teneur en huile dans le solide : de 7,4% à 4,5%.



Traitement du filtrat



Valeurs de densité	
- Phase aqueuse :	1,02
- Émulsion huile/eau :	0,94



- Composition de l'émulsion :
 - 84,0% d'humidité.
 - 63,8% d'huile (en % de sa masse sèche).
- Récupération de l'huile par démixtion de l'émulsion à l'aide d'éthanol :
 - Dénaturation des protéines à l'interface.
 - Solubilisation de l'huile.

Composition de l'huile extraite

- Profil d'acides gras :

Acide gras	Composition (%)
Acide palmitique (C16:0)	4,1 ± 0,2
Acide stéarique (C18:0)	2,8 ± 0,1
Acide oléique (C18:1n-9)	67,7 ± 0,2
Acide linoléique (C18:2n-6)	4,3 ± 0,0
Acide béhénique (C22:0)	5,2 ± 0,3
Autres acides gras	15,9 ± 0,4

- Profil glycéridique :

- Glycérides partiellement hydrolysés.

Type	Distribution (%)
Acide gras libres	28,1 ± 1,7
Monoglycérides	4,6 ± 1,1
Diglycérides	10,3 ± 1,7
Triglycérides	57,0 ± 4,9

- **100% d'acides gras après hydrolyse.**



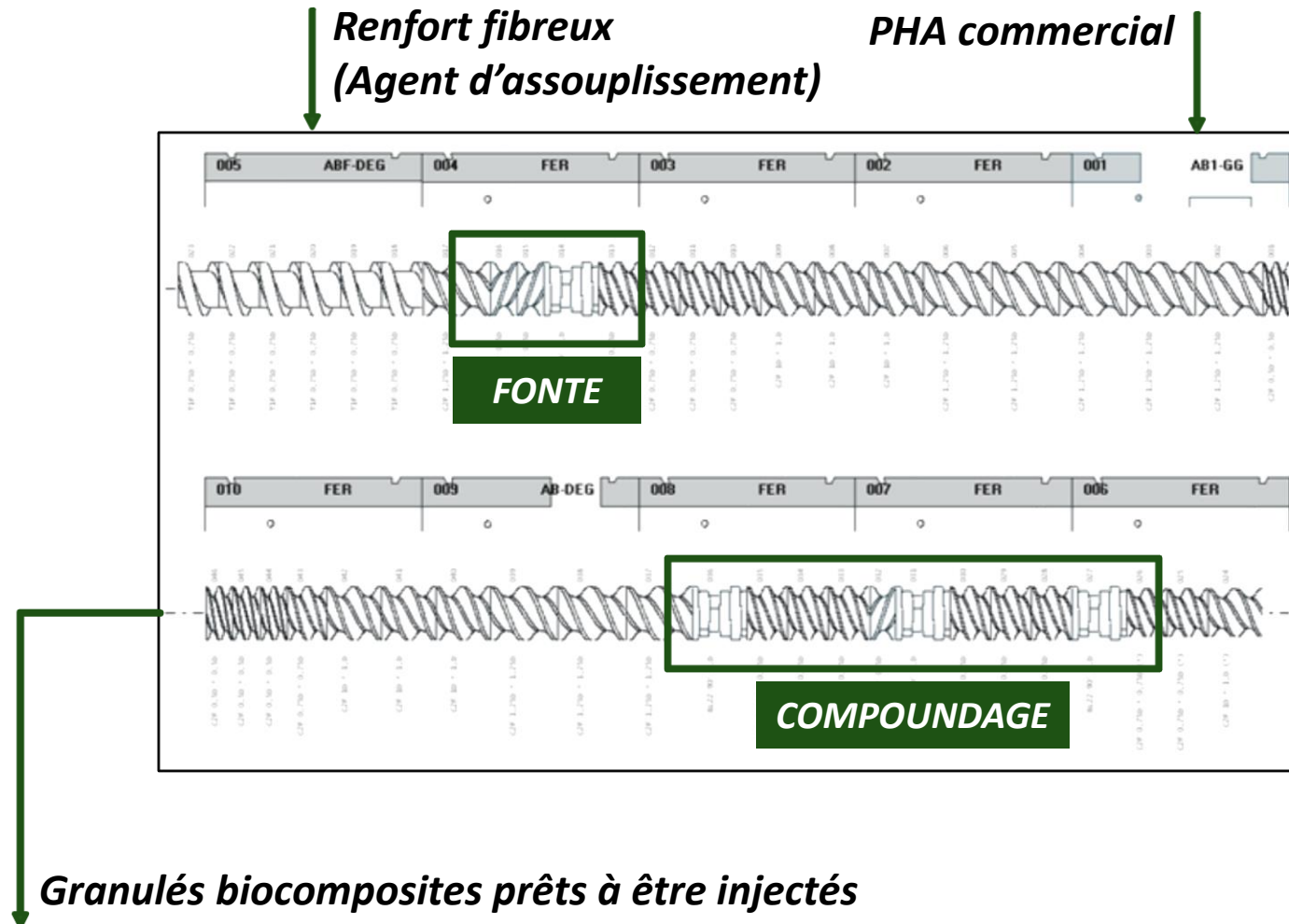
- **SUBSTRAT LIPIDIQUE** (68% d'acide oléique)

mcl-PHAs ←

② *Compoundage bi-vis de biocomposites à base de PHA & de renforts fibreux*

- Compoundage du PHA et de renforts fibreux (jusqu'à 30% (m/m)) :
 - Mélange continu & contrôlé des deux constituants.
 - Profil de vis optimisé.
 - *Garantir une bonne dispersion des fibres de renfort dans la matrice PHA.*
 - Profil de température optimisé.
 - *Réduire le risque de dégradation thermique du PHA durant le compoundage.*
 - Dans le prolongement du fourreau, un convergent & une filière (2 × 3 mm).
 - Puis, refroidissement des joncs dans un bac à eau & granulation.
- Possibilité de rajouter un additif d'assouplissement dans le mélange biocomposite pour davantage de ductilité.
- ***Obtention de granulés calibrés destinés à l'injection plastique.***

Configuration de l'extrudeur bi-vis



Aspect visuel des pièces injectées

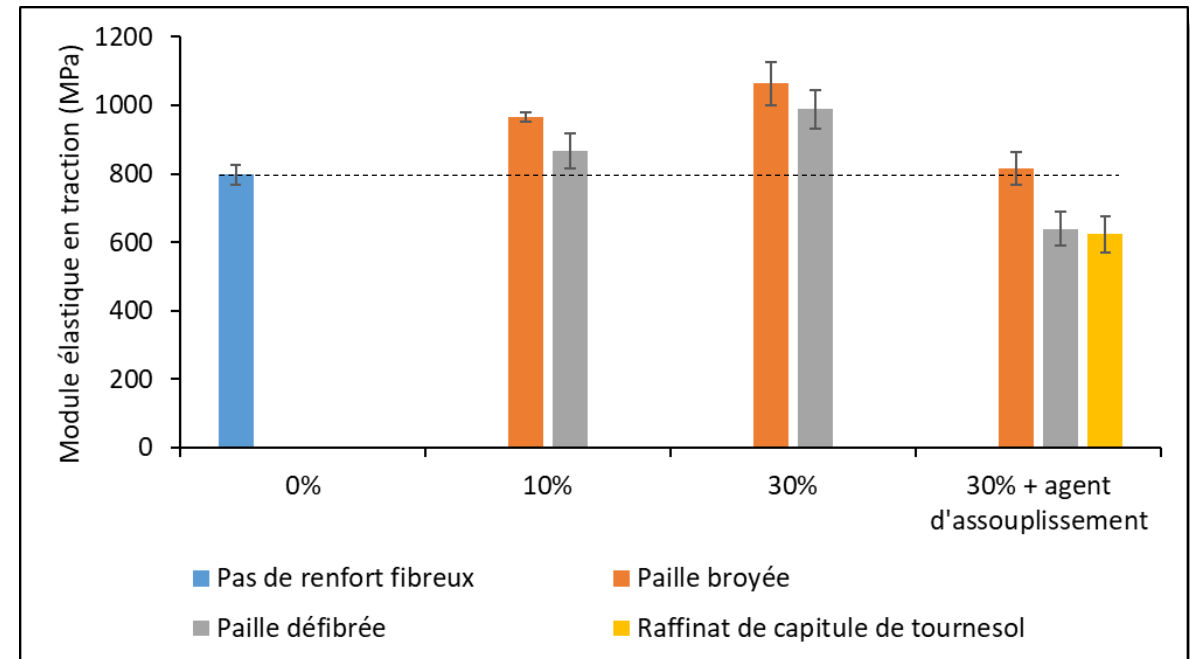
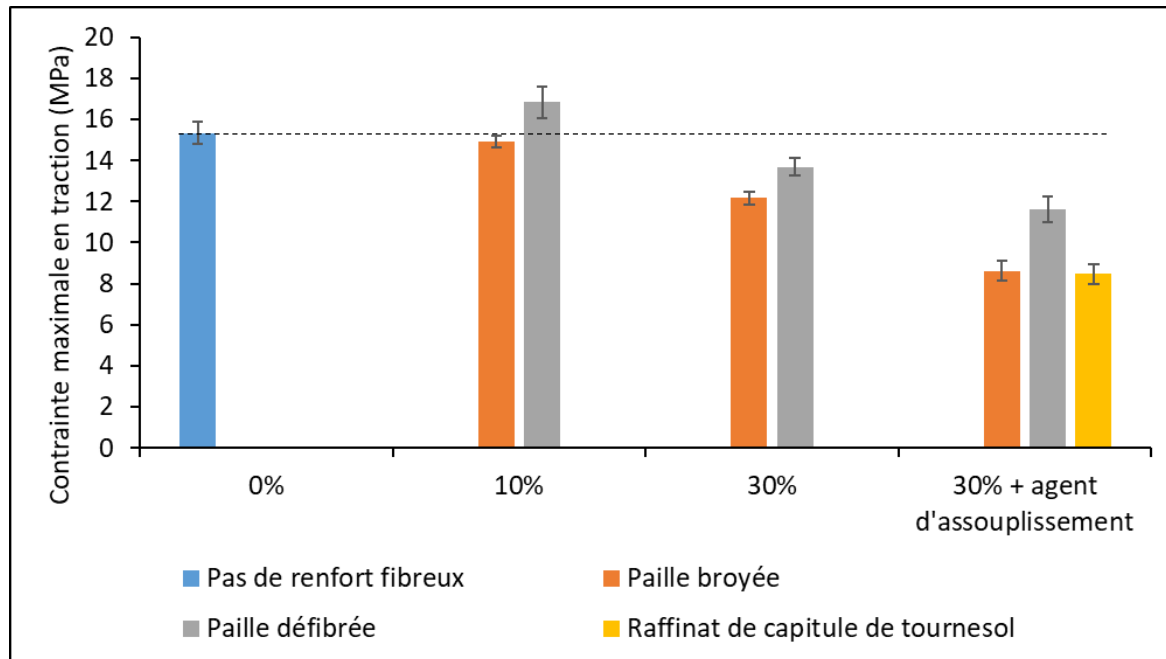
- Bonne dispersion des fibres.
- Davantage d'homogénéité avec la paille défibrée par méthode papetière.

- A - Paille broyée (PB) (30%), avec agent d'assouplissement →*
- B - Paillée défibrée (PD) (10%), sans agent d'assouplissement →*
- C - Paillée défibrée (PD) (30%), sans agent d'assouplissement →*
- D - Paillée défibrée (PD) (30%), avec agent d'assouplissement →*
- E - Raffinat de capiture de tournesol (RCT) (30%), →
avec agent d'assouplissement*



Propriétés mécaniques en traction

- Faible réduction de la contrainte maximale en présence de renfort.
- Légère rigidification qui peut être ajustée *via* l'agent d'assouplissement.



Un exemple de pièce injectée : le pot horticole

- De gauche à droite :
 - 30% de paille d'orge simplement broyée (PB) (formulation **A**).
 - 30% de paille d'orge défibrée par méthode papetière (PD) (formulation **D**).
 - 30% de raffinat de capitule de tournesol (RCT) (formulation **E**).



Merci de votre attention



Christine Raynaud

Christine.Raynaud@ensiacet.fr

Philippe Evon

Philippe.Evon@ensiacet.fr